

S35-16460

As the foundation of our invention, we recognized that as becoming clear by difference in quality of an extract in a solution in a selective solvent phase, the effectiveness of liquid-liquid counter flow solvent purification operation is larger than the case that substantially the whole of a liquid mixture to be fractionated is first selectively introduced into a solvent phase at relatively high temperature, and thereafter a part of the mixture is introduced into a liquid-liquid counter flow solvent purification or contact layer under the condition such that the part is separated from the solution in the selective solvent by cooling.

We recognized that as compared with a liquid-liquid counter flow solvent purification method arriving at the same equilibrium temperature by mixing selective solvents in substantially same volume and mixing manner at relatively low temperature and thereafter heating the resulting mixture to the same equilibrium temperature, the above-described method obtains quantitatively and (or) qualitatively excellent result in the necessary fractional phase.

As still another foundation of our invention, we recognized to be advantageous that in the liquid-liquid counter flow purification method, a relatively large portion of the above-described contact layer is operated at relatively low

temperature at which a selective solvent such as furfural seems to be more selective, or is provided with a liquid-liquid counter flow contact layer or solvent extracting layer that can operate under control.

According to our invention, in a liquid-liquid counter flow solvent extraction or purification method wherein a liquid selective solvent is poured in a liquid-liquid counter flow contact or purification layer from one end, a liquid mixture to be fractionated is introduced in the contact or purification layer at the intermediate point, a fractionated layer of the resulting liquid mixture or a part thereof is discharged from one end of the contact layer, and a selective solvent layer is discharged from other end of the contact layer, good result is obtained where proportion or distance of the contact layer between an inlet of the liquid mixture and an outlet of the fractionated layer is maintained under the substantially isothermic condition, for example, the condition such that temperature difference between one end of the contact layer and a liquid level in the contact layer at the inlet of the liquid mixture is 0 to  $\pm 12^{\circ}\text{F}$ . Further, according to the embodiment of the present invention, a liquid stream is discharged from the contact layer at a point lower than the inlet of the liquid mixture in the direction of flow of the liquid selective solvent, and the flow of liquid is again introduced into the contact layer at a position near the point from which the liquid stream is

discharged, but lower than the point in the direction of flow of the liquid selective solvent. It is desirable that a part of the extract dissolved and contained in the liquid selective solvent taken out of other end of the contact layer is recovered, and mixed with the liquid stream, and after cooling, the mixture is again introduced into the contact layer.

Because the whole of the liquid stream taken out is again introduced later, the liquid stream at the inlet is any liquid phase in the contact layer, such as a selective solvent phase, a fractionated phase, a continuous phase or a dispersed phase, alone or a mixture with a fractionated product or a solvent.

## 特 許 公 報

昭35-16460

公告 昭 35. 10. 29	出願 昭 33. 4. 16	特願 昭 33-10346
発 明 者	ウインクープ、カース テッド、ジュニア	アメリカ合衆国ニューヨーク州スカースデール、 ウエストミンスター、ロード 48
同	ホワード、ハルコウム、 グロス	アメリカ合衆国ニューヨーク州プレザントビル、 ブルック、マナー 55
出 願 人	テキサコ、デベロップ メント、コーポレーシ ョン	アメリカ合衆国ニューヨーク州ニューヨーク市17、 イースト、フオーティーセカンド、ストリート 135
代理人 弁理士	浅 村 成 久 外 1 名	(全 6 頁)

## 液 体 混 合 物 の 分 別 法

## 図 面 の 略 解

図面は本発明実施に適した装置の略図で、第1図aはその縦断面図であり、第1図bは第1図aに略示した接触層或は塔内に於ける温度状態をグラフで示したものである。

## 発明の詳細なる説明

本発明は液体混合物が溶剤抽出により各成分に分けられる液体混合物の分別に関するものである。更に委しくは、本発明は二つの分離する液相が一つの接触層又は塔内で各々に対して向流に流す溶剤抽出による混合物の分別に関するものである。

本発明は液一液向流溶剤抽出法の改良を与えることを一目的とする。

本発明は又広汎な種類の液体混合物の溶剤精製又は処理に用い得る融通性ある液一液向流溶剤抽出法を与えることを今一つの目的とする。

更に又本発明はフルフラールが選択的溶剤として用いられるガソリン、ケロシン、ガスオイル又は潤滑油の沸点範囲内にある石油溜分のような炭化水素混合物の分別に適した溶剤抽出法を与えることを他の今一つの目的とする。

少く共本発明に適した一つの装置に於ては少く共前述の目的の一つが遂行されるであろう。

本発明の此等の目的及び他の目的が遂行される方法は附記せる説明と図面に関連して明かになるであろう。

我々の発明に対する基礎として我々は選択的溶剤相にある溶液中の抽出物の品質の相違によつて明かになる通り液一液向流溶剤精製操作の有効さは、分別さる可き液体混合物の事実上全部が先ず比較的高い温度で選択的に溶剤相に入れられ、然る後、この混合物の一部分が冷却によつて選択的溶剤中の溶液から分離されるような条件の下で液一液向流溶剤精製又は接触層に導入される場合により大きいことを認めた。

我々は比較的低い温度で選択的溶剤の容量及び混合の事実上同じものを混ぜ、然る後、同一平衡温度までこのできた混合物を加熱することによつて同一平衡温度に到達する液一液向流溶剤精製法に比べて前述の方法の方が必要とする分別相に於て量的に及び(又は)質的に優れた結果を得ることを認めた。

我々の発明の更に他の基礎として、液一液向流溶剤精製法に於て前記の接触層の比較的大きな部分がフルフラールのような選択的溶剤がより多く選択的になると思われる比

較的低い温度で操作されているか、又は調節して操作できるように液一液向流接触層又は溶剤抽出層を具備することが有利であることを認めた。

我々の発明によれば液体選択溶剤が一方の端から液一液向流接触又は精製層に注入され分別さる可き液体混合物が該接触又は精製層に中間の点で導入され且該液体混合物の分別層又は部分が該接触層の一端から抜き出され、選択的溶剤層が接触層の他端から抜出される所の液一液向流溶剤抽出又は精製法に於ては、該液体混合物の導入口と、分別層の抜出口との間の接触層の割合は間隔を事実上等温条件例えば接触層の一端と、液体混合物の導入口における接触層内の液面との間の温度差が0〜±12°Fであるような条件下に維持すると良好な結果が得られる。更に本発明の実施によれば、液流が液体選択溶剤の流れの方向に於て液体混合物の導入口から下の点で接触層から抜出されそしてこの液体の流れは冷却後該接触層からこの液流が抜出される点に近い所だが液体選択溶剤の流れの方向に於ては下の方で再び接触層に導入される。この接触層の他端から取出される液体選択溶剤に溶けて含まれている抽出物の一部分は回収され抜取つた前記液流と共に混ぜられ且冷却された後一緒に接触層に再び導入することが望ましい。

取出した液流は後に再び全部導入されるので抜出口では接触層内の何れかの相、例えば選択溶剤相、分別相、連続相か又は分散相、単独か又は分別物或は溶剤との混合物かの如き何れかの液相である。

我々の発明を更に説明するために本発明に適した装置の縦断面を示した第1図aを参照すると、選択溶剤相はその溶剤が抜出される点の液面とはほぼ同じ所にある一端から接触層の他端迄抵がつている接触層内の連続相を含み、且分別を受ける液体混合物の分別相又は部分は選択溶剤の導入口の液面附近からこの分別部又は相が抜き出される接触層のはば他端迄に抵がつている接触層断面内の連続相を含んでいて、一つの適当な液一液向流接触層を参考番号11に示している。この接触層のはば一端に12のラインを経て接触層11に液状選択溶剤が温度T<sub>1</sub>で導入される。中間の点で分別される可き混合液が14のラインを経て接触層11に導入される。12のラインを経て11の接触層に導入された選択的溶剤は14のラインを経て接触層11に導入された混合液の少く共一つの成分に対する選択的溶剤であり、接触層11内でこの混合液とは少く共部分的には混合し得な

い。第1図aに示した装置に於ては、用いられる選択的溶剤は処理を受ける混合液より重いか又はより稠密であるので、選択的溶剤は上方に流れる混合液とは反対に下の方に流れる傾向を有する。

15のラインを経て接触層の上端から分別相又は分別部が取出され、而してこのものは14のラインを経て導入された混合液に比べて前記選択溶剤に選択的に溶かされる成分の量を減少しているか又は実質的に全く有していない。更に、本発明実施に従えば、前記選択溶剤の流れの方向についてこの混合液の導入口から下方の点で一つの液流が16のラインを経て接触層11から取出されているがこの液流は事実上液状選択溶剤相のみか又は連続相として液状選択相と分散相として混合液の分別相又は部分とがまじつた混合物かを含み得る。この液体の流れは16のラインを経て取出され例えば冷却器18の如き適当な方法で冷却される。そしてこの液流の取出口に近い所で、併し接触層11の中で前記選択溶剤が流れの方向については取出口より下の方で19のラインを経て接触層11へ再び取入れられる。20のラインを経て接触層11の他端から出る溶剤相から回収される抽出物の或る量はライン16を経て接触層11から取出される液流とライン17を経てまぜられる。そして冷却器18で冷却した後ライン19を経て共に接触層に再び取入れられる。

第1図aの側の第1図bは我々の発明の実施に従つて操作する時に接触層11の中にある接触層の温度側面又は温度状態を示すものである。第1図bに示す如く温度 $T_1$ は接触層11の一端又は上端の温度で、この温度は事実上ライン15を経て接触層11から取出される分別相の温度と同じである。温度 $T_2$ は分別される可き混合液の導入口の液面に於ける接触層内の温度で、この混液はライン14を経て接触層11へ導入されている。温度 $T_3$ はライン19を経て接触層11へ再導入される比較的冷却された液流の再導入口の液面に於ける接触層内の温度である。温度 $T_4$ 及び $T_5$ も第1図bに於て略示されている。本発明の実施に従えば、接触層11は $T_4$ が $T_2$ より12°F以上高くならぬように、或は又接触層11は $T_5$ が温度 $T_4$ より高いが12°F以上は高くないように操作され得る。本発明の実施に従えば液一液向流接触層を操作するに際して接触層11の内で点 $T_2$ — $T_3$ に示す如く比較的小さな垂直間隔に互つて急激な温度勾配が維持されている。垂直距離 $T_2$ — $T_3$ はできる限り小さくすることが望ましい。即ちライン16を経て接触層11から液流の取出口の液面とその結果冷却される液流の再導入口の液面とはライン16を経て接触層11から取出される液流に再導入される冷却液流がまじつたり又は短終することの無い限りに於てできる限り接近している可きである。

又、本発明によれば接触層11はその中で温度差 $T_2$ — $T_3$ が2—80°Fの範囲内にあるように操作される。更に本発明の実施によれば接触層11に導入される選択溶剤の温度 $T_1$ は接触層11の前記一端に於ける温度 $T_4$ よりも高い。

混合液及び(又は)生成する冷却液流を夫々ライン14及び19を経て接触層11へ導入する。液面又は点を変えることにより、事実上等温状態又又は少しの温度勾配で操作

する接触層11の比率、例えば混合液の導入口の液面から上方に又はライン16による液流の取出口からでさえもそこから上方に拡がる接触層11の部分と、比較的低温で操作し且比較的著しく急激に低下する温度勾配を含む接触層11の部分との比率を何時でも直ぐに簡単に調節することができる。従つて本発明の実施に適した一装置に従えばライン16による液流の取出口の液面はライン14により接触層11へ入る混合液の導入口の液面に対し殆んど直ぐそばに迄変えることができる。ライン12による選択溶剤とライン14による混合液との導入口及びライン16と19とによる循環液流の取出口と再導入口との位置は夫々分別される可き混合液の組成と混合液の分別相或は部分の中に必要な性質によつて変化する。此等の位置を互に支配している原則は技術に熟達した者には分つてゐるが特に本発明によつて明かになる。更に若し望むならば、冷却後引続いて接触層へ再導入するための液流の取出口は一つ以上多く作ることができる。例えば第1図aに略示してはないけれども、液相の追加の側流取出口は19のラインを経て接触層11へ再導入される前述の液流の再導入から接触層11内で選択溶剤の流れの方向について下流の点に前述したと同様にして接触層11から行ふことができる。

本発明の実施は二つの分離する液相が互に向流に流される如何なる液一液溶剤抽出法にも広く適用することができる。それ故に本発明の実施は分別す可き一つの混液と接触して一つの選択溶剤を用いる液一液向流溶剤抽出法のみならず、異なつた密度の二つの混合し得ない溶剤例えば液状プロパンと液状フェノール類の如きものが向流に流れている抽出層の或る中間の位置に分別す可き混液が導入される所謂「デューオーソール」溶剤抽出法にも適用することができる。本発明の実施に用いることのできる選択溶剤は分離す可き混合液よりも重くても亦軽くても良く、周知の選択溶剤例えばニトロベンゼン、液体プロパン液体二酸化硫黄、 $\beta$ , $\beta'$ -ダイクロロエチルエーテル(クロレックス)、フェノール類(セレクト)、フルフラール、ダイエチルフォルムアミド、液状弗化水素、2-チレングリコール、ポリハイドロリクアルコール類、脂肪族ケトン類、水、酢酸、種類の炭化水素及び他の種々の周知の有機及び無機を選択溶剤を包含することができる。勿論この場合用いられる溶剤が分離す可き混合液の少く共一つの成分に対して望ましい選択性を示し、分別す可き混合液と接触層内で接触する条件下で、少く共部分的には混液し得ないことを前提とする。

既述せる通り、接触層内の操作条件は分別を受ける混合液の組成と化学的及び物理的性状に従い、又分別相及び(又は)溶剤抽出相に必要な性質に従つて調節することができる。常圧、大気圧以上又は大気圧以下の何れでも適当な圧力を混合液を形成している成分と用いられる選択溶剤との沸点及び(又は)分子量によつてどのようにも取ることができる。併し乍ら用いる圧力は接触層内に導入される凡ての成分を液相に維持するのに充分なだけ高くなければならぬ。同様に、温度も適当に何のようにも取ることができるので温度と圧力とが向流液相を接触層内で維持することの

できるように調節される。例えば非アロマテイツク成分又はアロマテイツクの少い成分からアロマテイツク成分又はアロマテイツクの多い成分を除去するために石油溜分の精製に用いられる如く底部又は溶剤抽出相の温度を100~225°Fの範囲内で適当に選ぶのに合わせて上部又は分別物の温度 $T_2$ は125~325°Fの範囲内で適当に用いられる。混合液に対する種々な選択溶剤の処方が分別される混合液の組成と用いられる特殊選択溶剤とによつて用いられる。例えば混液に対する選択溶剤の容量比は0.75~7.5範囲で多くも少くも用いることができる。一般に一つの選択溶剤又は選択溶剤類及び(又は)分別を受ける混液の組成によつて種々な温度と溶剤配合が用いられる。

本発明の実施により分別され得る混合液としてはガソリン、ナフサ、ケロシン、ガスオイル、潤滑油、潤滑油経溜分又は重溜分、接触分解ガスオイル、原油等のような液状炭化水素溜分又は混合物が含まれる。分別される他の混合液は不飽和又は更に高度の不飽和化合物例えばオレフィン又はアセチレン系炭化水素の如きものとパラフィン又は比較的の不飽和度の少い化合物例えばパラフィン系炭化水素及び不飽和一つの又はモノオレフィンの炭化水素の如きものと含有する混合液である。又本発明の実施により分別される更に他の混合液としてはツールオイル、脂肪酸混合物、脂肪酸グリセリド混合物天然又は合成乾性油、炭化水素及び含酸素炭化水素を含むフィツシヤートロブシユ生成物のような有機化合物の混合物が含まれる。一般に、一つの選択溶剤に選択的に抽出又は溶解され、又選択溶剤が選択性の減少を示し且選択的に抽出される物質と共沸するか又は事実上同一の沸点を有する物質がまじつて成分を含む混合液は何れも本発明の実施に従つて適当に処理することができる。

向流で流れる相溶性のない液体間の接触を有効にするに適した接触層は何れも本発明の実施に於て用いることができる。適当な接触層とは充填塔、泡籠塔、攪拌槽と静置槽との組合わせの等の様のものである。本発明の実施例はGerrit H. Remanの特許 U. S. 2601674 (1952年6月24日付)に完全に公示し且記載されている廻転円盤型接触槽に於て特に適している。この特許の教義と発見とはここに採り入れられ、本発明の一部をなした。簡単にいえば、廻転円盤型接触槽は向流液流間の接触を有効にするのに特に適して考案であつて、実際に接触層を形成している罐体の部分が真中に開口部のある固定の角のある邪魔板又は環によつてどちらかといえば大きさも形も事実上同一な多数の部室に分けられている固定した管状の外郭を含む。更に廻転円盤が各部室に夫々一つ宛あり、固定管と同心の廻転軸に固定されていて、円盤は固定邪魔板のほぼ中間に位している。接触させる可き液体は接触槽の中に流入し、互に向流で次々に幾つかの部室を通る。この液は密度が異なつてゐるから、その結果反対方向に隣接する部室を通つて行く二つの液相を形成する。

廻転円盤の廻転によつて液体に一層多くのもつと重要でさへある運動を与えその結果、堅密な接触をさせる。それ故廻転円盤接触槽の重要な特徴は円盤と固定板との配置に

ある。廻転盤の直径は固定邪魔板の開口部の直径よりも小さい。

更に他の特徴は固定管の直径と廻転盤の直径との関係及び邪魔板間の軸間隔にあり、そして又、固定邪魔板と円盤との形にも在る。液-液向流溶剤抽出法に於ける廻転円盤接触槽の操作と適用性については前述の特許にもつと完全に記載されている。

以下にのべる例は本発明の実施の実例となるものである。

#### 実施例 1

404 バレルのアラビアブライトストックを温度243°Fで液-液接触塔の中間部に導入し、1664 バレルのフルフラールを温度270°Fで塔頂に近い所から導入した。一つの側流を仕込油の導入点の下で所て接触塔から抜き出し此の側流に202 バレル/日の抽出物循環液を加え、その結果1113 バレル/日に達する混合物を温度113°Fまで冷却し側流取出口の直ぐ下の所で接触塔内に導入した。塔頂部は分別物の取出口の所で260°Fの温度で操作した。仕込油入口の液面で塔の温度は254°F、側流抜出口の液面では225°F、そして冷却した側流の再び入つて来る口の液面では約215°Fであつた。フルフラール溶剤相の抜出口の所では塔底の温度210°Fであつた。仕込油及び生成せる抽出物と分別物とは次の性状を有している。

試験項目	仕込油	抽出油	分別油
比 重 °A. P. I.	201	10.4	25.3
引火点 COC/pM	550/465	525/485	570/540
粘 度 S. S. u./100	3471		1807
粘 度 S. S. u./210	170.3	132.8	143.5
V. I.	87.0		110.5
色 調 (ユニオン)	5		2 $\frac{1}{2}$
仕込油及び生成油の 換算値(バレル/日)	389	138	251

#### 実施例 2

アラビア中性軽溜分を800 バレル/日の割合で温度167°Fで液-液接触塔の中間部に導入し、642 バレル/日のフルフラールを172°Fで塔の上層部に導入した。第1側流を中性軽溜油の入口の点より下で塔から抜き出し、118°Fに冷却し、側流抜出口の直ぐ下に再び導入した。塔頂からは分別油流を温度162°F抜き出し塔底からはフルフラール溶剤抽出油流を100°Fで抜出した。更に第2側流を第1側流抜出口より下で塔から抜き出し、この第2側流に161 バレル/日の抽出循環油を添加し、出来た混液を86°Fまで冷却し、第2側流の抜出口の液面の直ぐ下から1412 バレル/日の割合で再び導入した。次にのべる温度を接触塔内で維持した。即ち、塔頂162°F、仕込油入口液面での塔温154°F、第1側流抜出口液面での塔温145°F、冷却した第1側流の再導入口洗面での塔温142°F、第2側流抜出口液面での塔温138°F、第2側流再導入口液面での塔温133°F、次の表は仕込油、回収抽出油及び分別油相の性状を説明している。

試験項目	仕込油	抽出油	分別油
比 重 °A. p. I.	22.8	1.2	27.8
引火点 COC/pM	410/390	420	400/405

試験項目	仕込油	抽出油	分別油
粘 度 S. S. u./100		7.16*	158
粘 度 S. S. u./210			43.9
V. I.			104.5
色 調 (ユニオン)	5		3
仕込油及び生成油の換算値 (バレル/日)	771	132	639

\* フューロール秒/210°F で示した抽出油の粘度

#### 実施例 3

404 バレル/日のアラビアブライストックを温度 250°F で液-液接触塔の中間部に導入し、1664 バレル/日のフルフラールを温度 270°F で塔頂に導入した。側流も塔の仕入油入口の下から拔出し 220 バレル/日の循環抽出油とまぜ 109°F 迄冷した後側流抜出口の直ぐ下から塔に再導入した。このようにして再導入した側流の量は 1.086 バレル/日であつた。分別油は 258°F で塔頂から拔出し、フルフラール抽出油は 212°F で塔底から拔出した。次の温度条件が接触塔内で取られた。即ち、仕入油取出口液面に於ける塔温 254°F 側流抜出口液面に於ける塔温 226°F、冷却した側流の再導入口液面の塔温 220°F、であつた。次表は仕入原油及び回収抽出相と分別相との性状を示す。

試験項目	仕込油	抽出油	分別油
比 重 °A. P. I.	19.8	10.5	25.3
引火点 COC/pM	560/470	530/515	570/535
粘 度 S. S. u./100	3471.6		1854
粘 度 S. S. u./210	170.8	36.4	142.3
V. I.	87.0		109.0
色 調 (ユニオン)	<6		<3
仕込油及び生成油の換算値 (バレル/日)	391	135	256

\* フューロール秒/210°F で示した抽出油の粘度

#### 実施例 4

602 バレル/日の中性アラビア重油を温度 201°F で液-液接触塔の中間部に導入し、1482 バレル/日のフルフラールを温度 236°F で塔頂から導入した。第1側流は仕入油入口の下で塔から拔出し、温度 113°F まで冷却して抜入口の事実上直下から塔に 1.083 バレル/日の割合で再導入した。第2側流も亦冷却した第1側流の再取入口の下で塔から拔出し、この第2側流に 184 バレル/日の循環抽出油 (184 バレル/日) をまぜ、95°F 迄冷却して 1.657 バレル/日の割合で第2側流取出口の事実上直下から塔に再導入した。塔頂から温度 230°F で分別油相を抜き取り塔底からフルフラール溶剤抽出油相を温度 140°F で回収した。次の温度が塔内で維持された。即ち仕入油入口液面の塔温 230°F 第1側流抜出口の塔温 190°F、冷却した第1側流の再取入口液面の塔温 181°F、第2側流抜出口液面の塔温 165°F、第2側流再取入口液面の塔温 165°F であつた。次表は仕入油及び回収された抽出相と分別相との性状を表示している。

試験項目	仕込油	抽出油	分別油
比 重 °A. P. I.	20.0	55.	28.4
引火点 COC/pM	455/445	455	455/445
粘 度 S. S. u./100	667		347
粘 度 S. S. u./210	66.8	159.0	57.0
V. I.	76.0		109.5
色 調 (ユニオン)			4
仕込油及び生成油の換算値 (バレル/日)	573	191	382

#### 実施例 5

602 バレル/日の中性アラビア重油を温度 180°F で液-液接触塔の中間部に導入し、597 バレル/日のフルフラールを温度 198°F で塔頂から導入した。仕入油入口の下で第1側流を 941 バレル/日の割合で拔出し 133°F まで冷却した後抜出口の殆んど直下で塔に再導入した。第2側流は第1側流の抜出口の下で塔から拔出しこの第2側流に 122 バレル/日の循環抽出油を添加し、できた混合物を 113°F まで冷却し第2側流抜出口の直下から塔に 896 バレル/日の割合で再導入した。分別相は塔頂から温度 190°F で拔出し、フルフラール溶剤抽出相は塔底から温度 120°F で回収した。次の温度が液-液接触塔内で維持された。仕入油口液面で塔温 180°F、第1側流抜出口液面で塔温 167°F、第1側流再取入口液面で塔温 138°F、第2側流抜出口液面で塔温 131°F、冷却した第2側流再取入口液面で塔温 122°F であつた。次表は仕入油及び回収抽出相並に分別相の性状を表示している。

試験項目	仕込油	抽出油	分別油
比 重 °A. P. I.	20.5	-0.5	25.4
引火点 p. M.	380	410	370
粘 度 S. S. u./100	598		412
粘 度 S. S. u./210	63.6	225.2	58.1
V. I.	75.0		94.0
色 調 (ユニオン)	8		5
仕込油並に生成油の換算値 (バレル/日)	632	105	527

#### 実施例 6

アラビア脱アスファルト残渣油を 387 バレル/日の割合で温度 236°F で液-液接触塔の中間部に導入し、塔頂から 1.459 バレル/日のフルフラールを温度 274°F で導入した。側流は仕入油入口の下で塔から拔出し、この側流に 192 バレル/日の循環抽出油を添加しできた混合物を温度 104°F まで冷却した後側流抜出口の直下から塔に 921 バレル/日の割合で再導入した。塔頂からは分別液流を温度 255°F で回収し、塔底からはフルフラール溶剤抽出相を温度 210°F で抽出した。次の温度が接触塔内で維持された。即ち仕込油入口液面で塔温 258°F、側流抜出口液面で塔温 245°F、冷却した生成側流の再取入口液面で塔温約 220°F に維持された。仕入油及び回収された分別相並に抽出相は次表に示される。



試験項目	仕込油	抽出油	分別油
比 重 °A. P. I.	20.6	10.4	25.4
引火点 p. M.		475	555
粘 度 S. S. u./100			1900
粘 度 S. S. u./210		40.6*	138.3
V. I.			105.0
色 調 (ユニオン)	5		3
仕込油並に生成油の換算値 (パーレル/日)	392	137	255

\* フューロール秒/210°F で示した抽出油の粘度

#### 特 許 請 求 の 範 囲

液状混合物の少く共一成分に対し選択的溶剤であり、該液状混合物と少く共部分的には相溶解し得ざる液状選択溶剤を液-液接触塔のはぼ一端より導入し、該液状混合物を該接触層の中間の点で導入し、該接触層の他端より液状選択溶剤相を拔出し、該接触層の一端より該液状混合物の分別物相を拔出すことを含み、該選択溶剤の流れの方向に於て該液状混合物の導入口より下流の点で該接触層から液流を拔出し、拔出した液流を冷却し、生成せる冷却液流を該液流の抜出口の近くで、併しその点から該接触層内で該選択溶剤の流れの方向に寄つた所で接触層内に導入し、而して該液体混合物、選択溶剤並に冷却せる生成液流の割合と温度とを  $T_1-T_2$  の温度差が  $0 \pm 12^\circ\text{F}$  になり、 $T_2-T_3$  の温度差が  $24 \sim 80^\circ\text{F}$  になる (但し  $T_2$  は該液体混合物導入口液面に於ける接触層内の温度、 $T_3$  は該冷却生成液流導入口液面に於ける温度、 $T_4$  は該分別部分が拔出される一端に於ける接触層の温度である) ように調節することを特徴とする液体混合物を異なつた性状の割合に分ける液-液向流溶剤精製法。

#### 附 記

- 1 該液体混合物、選択溶剤並に冷却せる生成液流の割合と温度とを  $T_1$  (但し  $T_1$  は該接触層に導入される選択溶剤の温度である) が  $T_4$  よりも大きくなるように調節する特許請求の範囲記載の方法。
- 2 冷却した生成液流が該液流の抜出口事実上直ぐ隣りの

点で接触層に導入されている特許請求の範囲又は附記 1 記載の方法。

- 3 該接触層の他端から拔出される液状選択溶剤相から回収される抽出物の一部が該冷却生成液流と混合して接触層内に導入される特許請求の範囲、附記 1, 2 記載の方法。
- 4 該接触層に導入される液体混合物並に選択溶剤の量は該選択溶剤が、選択溶剤の導入口附近から接触層の他端に迄拡がる連続相を含み、而して液状混合物の分別部分は該選択溶剤の導入口附近から接触層の一端まで拡がる連続相を含むようにする特許請求の範囲及び附記 1 ~ 3 記載の方法。
- 5 該液状混合物が液状炭化水素混合物である特許請求の範囲及び附記 1 ~ 4 記載の方法。
- 6 選択溶剤フルフラールである附記 5 記載の方法。
- 7 該接触層の他端から拔出される液状選択溶剤が  $100 \sim 225^\circ\text{F}$  の温度を有し、該接触層の一端から拔出される該液体炭化水素の分別物部分が  $125 \sim 325^\circ\text{F}$  の温度を有する附記 6 記載の方法。
- 8 該液状炭化水素に対するフルフラールの容量比が  $0.75 \sim 7.5$  の範囲内にある附記 6 又は附記 7 記載の方法。
- 9 選択溶剤が二酸化硫黄である附記 5 記載の方法。
- 10 選択溶剤が  $\beta, \beta'$ -ダイクロロディエチルエーテルである附記 5 記載の方法。
- 11 選択溶剤がニトロベンゼンである附記 5 記載の方法。
- 12 選択溶剤がフェノールである附記 5 記載の方法。
- 13 該接触層がその中の固定せる邪魔板によつて多数の部室に分けられ右縦に長い固定管状外郭を含み、該邪魔板はその中を通る中央の開口部を有し該各部室は該管状外郭内に内心的に固定された廻転軸に固定された廻転円盤を有し、且各円盤は夫々の固定邪魔板間の約半分の所で該廻転軸に固定されている特許請求の範囲及び附記 1 ~ 13 記載の方法。



第1図

